



CERTIFICATE OF MAILING UNDER 37 C.F.R. 1.8(a)  
ATTORNEY DOCKET NO. ESG004

In re Patent Application:

Application Serial No: 10/728,059  
Filing Date: December 4, 2003  
First Named Applicant: Schiavon Mauro

MAIL STOP PATENT APPLICATION  
COMMISSIONER FOR PATENTS  
P.O. BOX 1450  
ALEXANDRIA, VA 22313-1450

THOMAS S. BAKER, JR.  
(Name of Party Filing Paper)

The following papers have been filed:

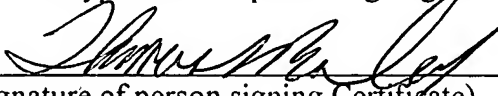
1. A Letter,
2. A Certified Copy of the Italian Patent Application PD2002A000316 filed December 11, 2002,
3. A Certified English Translation of the Italian Patent Application PD2002A000316 filed December 11, 2002,
4. A Certificate of Mailing,
5. A Return Receipt Postcard.

I hereby certify that the above-identified correspondence, which is attached, is being deposited with the United States Postal Service as first class mail in an envelope addressed to:

MAIL STOP PATENT APPLICATION  
COMMISSIONER FOR PATENTS  
P.O. BOX 1450  
ALEXANDRIA, VA 22313-1450

on 23 Dec 2003

THOMAS S. BAKER, Jr.  
(Print or type name of person signing Certificate)

  
(Signature of person signing Certificate)

23 Dec 2003  
(Date of Signature)



IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

ATTORNEY DOCKET NO. ESG004

In re Patent Application:

Application Serial No: 10/728,059

Filing Date: December 4, 2003

First Named Applicant: Schiavon Mauro

MAIL STOP PATENT APPLICATION  
COMMISSIONER FOR PATENTS  
P.O. BOX 1450  
ALEXANDRIA, VA 22313-1450

LETTER

Dear Sir:

I enclose herewith a certified copy of the Italian Application PD2002A000316 filed December 11, 2002 and a certified English translation thereof for the subject patent application. The subject patent application is based upon this Italian application. When the applicant filed the patent application on December 4, 2003 the Priority Document and the English translation were not available.

Applicant respectfully requests that the certified copy of the Italian application and the certified English translation thereof be included in the file for the subject application.

Respectfully submitted,

Date:

23 Dec 2003

Thomas S. Baker, Jr.  
Registration Number 25,662  
1371 West 3<sup>rd</sup> Avenue  
Columbus, Ohio 43212  
Telephone Number: 614/488-2202  
Facsimile Number: 614/488-2232



CERTIFICATE OF MAILING UNDER 37 C.F.R. 1.8(a)  
ATTORNEY DOCKET NO. ESG004

In re Patent Application:

Application Serial No: 10/728,059  
Filing Date: December 4, 2003  
First Named Applicant: Schiavon Mauro

MAIL STOP PATENT APPLICATION  
COMMISSIONER FOR PATENTS  
P.O. BOX 1450  
ALEXANDRIA, VA 22313-1450

THOMAS S. BAKER, JR.  
(Name of Party Filing Paper)

The following papers have been filed:

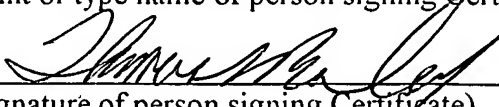
1. A Letter,
2. A Certified Copy of the Italian Patent Application PD2002A000316 filed December 11, 2002,
3. A Certified English Translation of the Italian Patent Application PD2002A000316 filed December 11, 2002,
4. A Certificate of Mailing,
5. A Return Receipt Postcard.

I hereby certify that the above-identified correspondence, which is attached, is being deposited with the United States Postal Service as first class mail in an envelope addressed to:

MAIL STOP PATENT APPLICATION  
COMMISSIONER FOR PATENTS  
P.O. BOX 1450  
ALEXANDRIA, VA 22313-1450

on 23 Dec 2003

THOMAS S. BAKER, Jr.  
(Print or type name of person signing Certificate)

  
(Signature of person signing Certificate)

23 Dec 2003  
(Date of Signature)



IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

ATTORNEY DOCKET NO. ESG004

In re Patent Application:

Application Serial No: 10/728,059

Filing Date: December 4, 2003

First Named Applicant: Schiavon Mauro

MAIL STOP PATENT APPLICATION  
COMMISSIONER FOR PATENTS  
P.O. BOX 1450  
ALEXANDRIA, VA 22313-1450

LETTER

Dear Sir:

I enclose herewith a certified copy of the Italian Application PD2002A000316 filed December 11, 2002 and a certified English translation thereof for the subject patent application. The subject patent application is based upon this Italian application. When the applicant filed the patent application on December 4, 2003 the Priority Document and the English translation were not available.

Applicant respectfully requests that the certified copy of the Italian application and the certified English translation thereof be included in the file for the subject application.

Respectfully submitted,

Date:

23 Dec 2003

Thomas S. Baker, Jr.  
Registration Number 25,662  
1371 West 3<sup>rd</sup> Avenue  
Columbus, Ohio 43212  
Telephone Number: 614/488-2202  
Facsimile Number: 614/488-2232



*Ministero delle Attività Produttive*  
*Direzione Generale per lo Sviluppo Produttivo e la Competitività*  
*Ufficio Italiano Brevetti e Marchi*  
*Ufficio G2*

Autenticazione di copia di documenti relativi alla domanda di brevetto per:

N. PD2002 A 000316

Invenzione Industriale



*Si dichiara che l'unita copia è conforme ai documenti originali  
depositati con la domanda di brevetto sopraspecificata, i cui dati  
risultano dall'accluso processo verbale di deposito.*

Roma, li 26 NOV. 2003

IL DIRIGENTE  
*Paola Giuliano*  
D.ssa Paola Giuliano

## AL MINISTERO DELL'INDUSTRIA DEL COMMERCIO E DELL'ARTIGIANATO

MODULO A

UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI - ROMA

DOMANDA DI BREVETTO PER INVENZIONE INDUSTRIALE, DEPOSITO RISERVE, ANTICIPATA ACCESSIBILITÀ AL PUBBLICO



## A. RICHIEDENTE (I)

1) Denominazione Schiavon Mauro M.G. (P.F.)  
 Residenza Montecchio Maggiore (VI)-Via Canova Inferiore 1 codice SCHMRA59T24G224Q  
 2) Denominazione \_\_\_\_\_  
 Residenza \_\_\_\_\_ codice \_\_\_\_\_

## B. RAPPRESENTANTE DEL RICHIEDENTE PRESSO L'U.I.B.M.

cognome e nome \_\_\_\_\_ cod. fiscale \_\_\_\_\_  
 denominazione studio di appartenenza \_\_\_\_\_  
 via \_\_\_\_\_ n. \_\_\_\_\_ città \_\_\_\_\_ cap \_\_\_\_\_ (prov) \_\_\_\_\_

## C. DOMICILIO ELETTIVO destinatario

Schiavon Mauro  
 via Canova Inferiore n. 1 città Montecchio Maggiore cap 36075 (prov) VI

## D. TITOLO

classe proposta (sez/cl/sci) \_\_\_\_\_ gruppo/sottogruppo \_\_\_\_\_

Dispositivo e metodo per la creazione di fullereni e/o nanotubi

ANTICIPATA ACCESSIBILITÀ AL PUBBLICO: SI ☐ NO ☒

SE ISTANZA: DATA \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_ N° PROTOCOLLO \_\_\_\_\_

## E. INVENTORI DESIGNATI

cognome nome

cognome nome

1) Schiavon Mauro 3) \_\_\_\_\_  
 2) \_\_\_\_\_ 4) \_\_\_\_\_

## F. PRIORITÀ

nazione o organizzazione	tipo di priorità	numero di domanda	data di deposito	allegato S/R	SCIOGLIMENTO RISERVE	
					Data	N° Protocollo
1) _____	_____	_____	____/____/____	<input type="checkbox"/>	____/____/____	____/____/____
2) _____	_____	_____	____/____/____	<input type="checkbox"/>	____/____/____	____/____/____

## G. CENTRO ABILITATO DI RACCOLTA CULTURE DI MICRORGANISMI, denominazione

## H. ANNOTAZIONI SPECIALI

## DOCUMENTAZIONE ALLEGATA

N. es.

Doc. 1)	<input checked="" type="checkbox"/>	PROV	n. pag.	26	riassunto con disegno principale, descrizione e rivendicazioni (obbligatorio 1 esemplare) ....	SCIOGLIMENTO RISERVE	
Doc. 2)	<input checked="" type="checkbox"/>	PROV	n. tav.	06	disegno (obbligatorio se citato in descrizione, 1 esemplare) .....	Data	N° Protocollo
Doc. 3)	<input type="checkbox"/>	RIS			lettera d'incarico, procura o riferimento procura generale .....	____/____/____	____/____/____
Doc. 4)	<input type="checkbox"/>	RIS			designazione inventore .....	____/____/____	____/____/____
Doc. 5)	<input type="checkbox"/>	RIS			documenti di priorità con traduzione in italiano .....	confronta singole priorità	
Doc. 6)	<input type="checkbox"/>	RIS			autorizzazione o atto di cessione .....	____/____/____	____/____/____
Doc. 7)	<input type="checkbox"/>				nominativo completo del richiedente		

8) attestati di versamento, totale lire duecentonovantuno/80 euro obbligatorio

COMPILATO IL 11 12 2002 FIRMA DEL (I) RICHIEDENTE (I) Schiavon Mauro

CONTINUA SINO NO

DEL PRESENTE ATTO SI RICHIEDE COPIA AUTENTICA SINO SI

CAMERA DI COMMERCIO ARTIGIANATO E AGRICOLTURA DI PADOVA codice \_\_\_\_\_

VERBALE DI DEPOSITO NUMERO DI DOMANDA PD 2002 A 000316 Reg. A

L'anno DUEMILADUE il giorno UNDICI del mese di DICEMBRE

Il (I) richiedente (I) sopraindicato (I) ha (hanno) presentato a me sottoscritto la presente domanda, corredata di n. \_\_\_\_\_ fogli allegati per la concessione del brevetto sopraportato.

I. ANNOTAZIONI VARIE DELL'UFFICIO ROGANTE NESSUNA

IL DEPOSITANTE

Schiavon Mauro



L'UFFICIALE ROGANTE

Salerni

(Salerni Norma)

RIASSUNTO INVENZIONE CON DISEGNO PRINCIPALE, DESCRIZIONE E RIVENDICAZIONE

NUMERO DOMANDA

REG. A

DATA DI DEPOSITO

\_\_\_/\_\_\_/\_\_\_

NUMERO BREVETTO

DATA DI RILASCIO

\_\_\_/\_\_\_/\_\_\_

D. TITOLO

Dispositivo e metodo per la creazione di fullereni e/o nanotubi.

L. RIASSUNTO

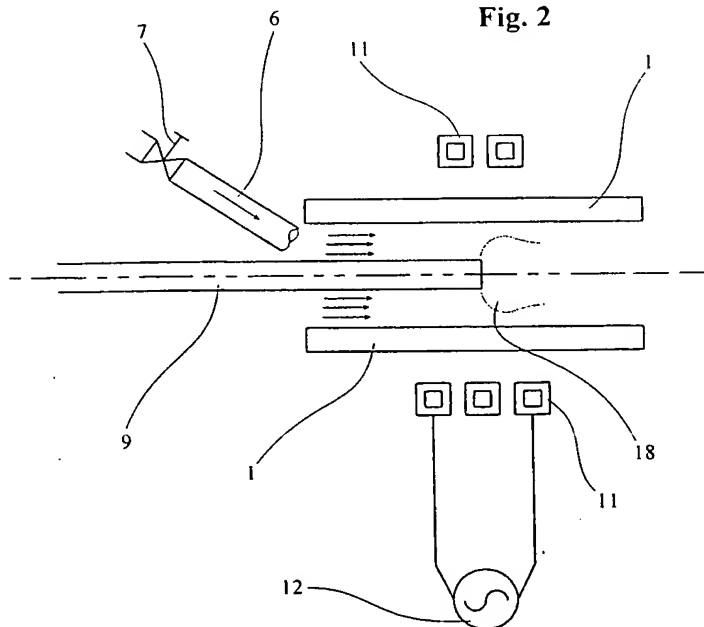
Trattasi di un dispositivo ed un metodo per la creazione di fullereni e/o nanotubi.

Una barretta di grafite, parzialmente inserita a tenuta all'interno di una camera tubolare dove viene fatto passare un flusso di gas inerte, viene fatta vaporizzare facendola avanzare a velocità costante attraverso un induttore di un sistema di riscaldamento ad induzione, disposto coassialmente all'esterno della camera tubolare, il cui campo elettromagnetico ad alta frequenza genera contemporaneamente il calore necessario alla vaporizzazione in continuo della barretta stessa ed un plasma generato per accoppiamento induttivo. I vapori di carbonio che si sviluppano vengono successivamente mantenuti a temperatura elevata dal plasma induttivo generato dal sistema di riscaldamento ad induzione.

In questo modo una grande quantità di fullereni e/o nanotubi di carbonio viene prodotta in modo continuo con una resa elevata.

M. DISEGNO

Fig. 2



Schönberg

## DESCRIZIONE

del brevetto per INVENZIONE INDUSTRIALE dal titolo:

“Dispositivo e metodo per la creazione di fullereni e/o nanotubi”

a nome Sig. Schiavon Mauro

5 di nazionalità italiana,

residente in Montecchio Maggiore (VI) – Via Canova Inferiore 1

depositata il 11 DIC. 2002

al No.: **PD 2002 A 0003 16**

---

### 10 TESTO DELLA DESCRIZIONE

Campo di applicazione

La presente invenzione si riferisce ad un dispositivo ed ad un metodo per la creazione di fullereni e/o nanotubi.

Stato dell'Arte

15 Fino all'anno 1985 erano note solo due forme di carbonio cristallino: quella tridimensionale del diamante e quella della grafite costituita da piani cristallini paralleli debolmente interagenti fra loro.

Gli studi dello scienziato americano Richard E. Smalley hanno portato alla scoperta di una terza forma allotropica degli atomi di carbonio: quella dei  
20 fullereni.

I fullereni sono delle “gabbie” approssimativamente sferiche formate da un una disposizione ordinata di strutture esagonali e pentagonali di atomi di carbonio. La quantità dei poligoni presenti e la loro relativa proporzione determinano la forma e le dimensioni del fullerene.

25 Il primo fullerene scoperto è stato il C60 che ha la stessa forma di un

*Schiavon Mauro*





con il numero di pareti, potendo arrivare fino a qualche decina di nanometri.

I MWNT hanno spesso un grande numero di imperfezioni nella loro struttura, e mostrano una estrema varietà di forme nelle loro zone terminali.

- 5 A partire dalla scoperta dei nanotubi da parte di Iijima, numerosi studi sono stati effettuati per determinarne le proprietà fisiche e chimiche, e stabilire le possibili applicazioni.

10 Date le loro confermate eccezionali proprietà chimico - fisiche i nanotubi di carbonio attraggono molta attenzione per le potenziali applicazioni in molti settori della tecnica: per immagazzinare idrogeno, per essere integrati in circuiti logici, come emettitori di campo, per realizzare fibre di carbonio per materiali compositi leggeri e superresistenti e si stanno inoltre esplorando molte altre possibili applicazioni.

15 I fullereni ed i nanotubi di carbonio vengono attualmente prodotti, per la vendita e/o la sperimentazione, utilizzando diversi metodi, i più importanti dei quali sono elencati qui di seguito.

In tutti i metodi impiegati è richiesta la presenza di una sorgente di carbonio; alcuni si basano sulla vaporizzazione di un blocco di grafite (e quindi lavorano ad altissima temperatura).

20 Metodo di vaporizzazione mediante scarica ad arco.

Metodo di vaporizzazione tramite ablazione laser.

Metodo di vaporizzazione mediante concentrazione di energia solare.

Metodo di vaporizzazione per passaggio diretto di corrente.

25 Metodo di vaporizzazione mediante plasma prodotto per accoppiamento induttivo.

Schivano Mauro



Metodo di vaporizzazione mediante sputtering.

Metodo di vaporizzazione mediante fascio elettronico.

Altri metodi si basano invece sulla decomposizione di un precursore in fase gas o vapore contenente carbonio.

- 5 Metodo di decomposizione termica di un precursore in fase gas o vapore in presenza di catalizzatori a bassa temperatura (450-800°C), oppure alta temperatura (800-1200°C), all'interno di un reattore per deposizione chimica di vapori (CVD).

- 10 Metodo CVD ad alta pressione con monossido di carbonio come precursore in fase gassosa (HiPco).

Metodo (PE-CVD) (deposizione chimica di vapori assistita da plasma a radio frequenza).

Relativamente a questo metodo dalla letteratura scientifica risulta in fase sperimentale un processo funzionante a temperatura ambiente.

- 15 Metodo (MPCVD) (deposizione chimica di vapori assistita da plasma a microonde).

Metodo di dissociazione con plasma generato a microonde.

Metodo di dissociazione con plasma prodotto per accoppiamento induttivo.

Metodo a combustione mediante fiamma.

- 20 Esistono poi altri metodi combinati che utilizzano sia la vaporizzazione di elettrodi di grafite mediante scarica ad arco che l'immissione nella zona del plasma di un gas o vapore precursore contenente carbonio.

- La principale ragione per cui i i fullereni ed i nanotubi di carbonio non sono ancora largamente e diffusamente impiegati, nonostante le loro  
25 straordinarie e riconosciute proprietà, è la mancanza di un metodo di

*Schivano Mauro*



produzione che funzioni in modo continuo e che realizzi grandi volumi di prodotto con alta resa a costi accessibili.

Infatti, in tutti i metodi elencati che implicano la vaporizzazione della grafite le produzioni realizzabili sono molto contenute e a bassa resa; solo  
5 il metodo di vaporizzazione tramite laser realizza una buona resa di nanotubi di carbonio in relazione alla quantità di materiale precursore vaporizzato.

Ad esclusione del metodo di vaporizzazione per passaggio diretto di corrente, tutti gli altri sono caratterizzati da sorgenti di energia che  
10 provengono dall'esterno del blocchetto di grafite.

In questo modo, l'energia proveniente dall'esterno viene trasferita alla superficie di grafite, e il calore che si sviluppa diffonde rapidamente all'interno della grafite stessa.

La buona conducibilità termica del materiale di partenza rappresenta quindi  
15 un limite intrinseco alla possibilità di concentrare efficacemente e senza diffusione verso l'interno il calore necessario alla vaporizzazione.

Pertanto, solo il metodo di vaporizzazione tramite ablazione laser presenta potenze specifiche e tempi di incidenza del raggio che non consentono la diffusione del calore verso l'interno; tuttavia, tale tecnica è in grado di  
20 vaporizzare limitatissime quantità di grafite.

Il metodo per passaggio diretto di corrente consente invece di generare direttamente all'interno della grafite il calore necessario per vaporizzarla, ma presenta il problema di dover produrre correnti elevatissime con tensioni di alimentazione che ai contatti sono molto basse. Inoltre le  
25 configurazioni realizzabili con questo metodo non consentono una

*Schivoni Memo*



produzione in continuo.

Tutti i metodi di vaporizzazione della grafite presentano, oltre ai limiti citati, un ulteriore limite alla efficace formazione dei nanotubi di carbonio: una volta realizzata la vaporizzazione della grafite che avviene ad oltre  
5 3800°K , i vapori di carbonio vengono a raffreddarsi rapidamente in un ambiente od in un flusso di gas inerte a temperature non superiori a 1100÷1200°C, condizione sfavorevole per la formazione, lo sviluppo e la crescita intensiva dei nanotubi di carbonio.

Con i metodi che si basano sulla decomposizione in fase gassosa o di  
10 vapore di precursori di carbonio è possibile realizzare produzioni considerevolmente maggiori rispetto alle tecniche di vaporizzazione da blocchetti di grafite.

In particolare con la tecnica CVD si riescono a realizzare quantità di nanotubi di carbonio che possono iniziare a risultare interessanti per  
15 economicità e per incoraggiarne l'utilizzo e la diffusione.

A questo proposito si può menzionare il progetto che sta portando avanti la ditta giapponese Mitsui & Co., Ltd nella città di Akishima per la produzione su larga scala di nanotubi di carbonio a parete multipla con diametro di circa 20nm.

20 L'inconveniente maggiore che presentano i nanotubi di carbonio realizzati con la tecnica CVD è che sono generalmente multistrato (MWNT) con diametri di qualche decina di nm e sono spesso cosparsi di difetti e risultano meno interessanti in molte applicazioni rispetto ai nanotubi a parete singola (SWNT).

25 I nanotubi a parete multipla (MWNT) presentano infatti generalmente

Schivon Mauro



proprietà meccaniche, elettriche e termiche inferiori rispetto ai SWNT.

Tra i metodi che si basano sulla decomposizione in fase gassosa o di vapore di precursori di carbonio risulta interessante menzionare il processo denominato "HiPco" che risulta in grado di produrre nanotubi di carbonio a  
5 parete singola per il momento in quantità non ancora interessanti e comunque a prezzi molto elevati.

#### Scopo dell'invenzione

E' un obiettivo della presente invenzione fornire un nuovo metodo ed un nuovo dispositivo che possa risolvere parte dei problemi sopra descritti.

10 E' un altro obiettivo della presente invenzione fornire un metodo ed un dispositivo attraverso i quali un grande quantitativo di fullereni e/o nanotubi di carbonio possono essere prodotti in continuo a costi contenuti e con alta resa.

#### Descrizione dell'invenzione

15 Gli obiettivi e gli scopi del presente brevetto vengono raggiunti da un dispositivo e da un metodo per la creazione di fullereni e/o nanotubi di carbonio caratterizzato come espresso nella parte caratterizzante rispettivamente della rivendicazione 1 e 15.

Molto proficuamente il dispositivo prevede che la grafite sia investita da un  
20 campo elettromagnetico generato da un induttore disposto coassialmente all'esterno di una camera tubolare.

Il vantaggio di utilizzare una camera tubolare consente di far avvenire la produzione in un ambiente fisico particolarmente adatto per la creazione di fullereni e/o nanotubi senza l'utilizzo di catalizzatori.

25 Il miglioramento ottenuto con l'utilizzo di catalizzatori nel suddetto sistema

*Schivon Mauro*



consiste in una maggiore resa di produzione, in particolare per la creazione dei nanotubi.

Le condizioni fisiche particolarmente adatte alla creazione di fullereni e/o nanotubi sono realizzate facendo fluire entro detta camera tubolare nel  
5 senso di avanzamento della grafite un gas praticamente inerte, il quale, data la presenza di un forte campo elettromagnetico all'interno dell'induttore, data la temperatura elevata a cui viene portata la grafite dentro all'induttore e la formazione di ioni, si innesca e si mantiene un plasma induttivo che staziona parzialmente all'interno ed a valle dell'induttore.

10 In tale modo i vapori di grafite che abbandonano la barretta si trovano immediatamente all'interno di una guaina di plasma ad altissima temperatura.

Un notevole miglioramento della resa nella produzione di fullereni e/o nanotubi di detto dispositivo si ottiene con l'utilizzo di un secondo  
15 induttore, disposto subito a valle del primo, che genera un ulteriore plasma induttivo che mantiene in temperatura i vapori di grafite.

Ciò consente di realizzare un ambiente termofisico particolarmente adatto, e sufficientemente prolungato nello spazio affinché si verifichino le condizioni ottimali per la creazione di fullereni e/o nanotubi durante il  
20 tempo di permanenza di detti vapori di grafite entro detto ambiente.

E' conveniente l'utilizzo di una camera tubolare a tenuta, provvista da un lato, di una porta per l'immissione di gas inerte, dal lato opposto di una porta per l'evacuazione del gas inerte immesso; mediante queste due porte è possibile controllare vantaggiosamente il flusso di gas tramite un sistema di  
25 regolazione della pressione e della portata.

Schivon Mauro



Mediante la variazione delle condizioni di portata e pressione del gas dentro la camera è possibile modificare le dimensioni delle due zone di plasma all'interno della camera stessa.

Attraverso la porta di evacuazione del gas è possibile anche produrre il vuoto nella camera tubolare.

Naturalmente anche l'ingresso della grafite entro tale camera tubolare avviene in modo tale da mantenere la tenuta complessiva del sistema.

Vantaggiosamente si utilizzano delle barrette di grafite opportunamente conformate per poter essere impilate una dietro l'altra in modo tale che la barretta precedente sostenga e spinga la successiva entro il campo elettromagnetico.

Un vantaggioso sistema di raffreddamento della camera tubolare, la quale si riscalda per effetto dei forti fenomeni termo-fisici che avvengono al suo interno, prevede l'utilizzo di una doccia, posta in posizione intermedia tra i due induttori coassiali.

Tale doccia è composta da un anello tubolare dotato di molti ugelli attraverso i quali viene espulso un fluido che investe e raffredda la zona esterna della camera tubolare che venga a trovarsi in corrispondenza ad essa asportandone il calore.

Facendo muovere la camera tubolare con un movimento traslatorio alternativo lungo l'asse, si porta la superficie maggiormente sottoposta alle alte temperature (quella che inizialmente si trova all'interno del primo induttore) in corrispondenza della doccia, per raffreddarla e successivamente riportarla al di sotto dell'induttore.

Per poter sfruttare più efficacemente il campo prodotto concentrandolo

*Schivoni Mauro*



sulla parte entrante della barretta di grafite può essere previsto l'utilizzo di un concentratore di corrente posto coassialmente all'esterno della barretta stessa, e posto internamente alla camera tubolare.

Una alternativa alla barretta di grafite, praticamente pura, che migliora ed  
5 accresce la facilità di produzione di nanotubi, prevede l'utilizzo di una grafite drogata, o con almeno un foro interno od impastata con metalli di transizione tra cui: Co, Ni, Sc, V, Cr, Mn, Fe, Cu, Y, Zr, Nb, Mo, Pd, Ta, W, Au, Th, U, La, Ce, Pr, Nd, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Lu, che agiscono come catalizzatori (nella percentuale  $> 1\%$  e  $< 15\%$  riferita al volume della  
10 barretta di grafite)

La vantaggiosa esecuzione di tale metodo per la creazione di fullereni e/o nanotubi si concretizza nell'utilizzo del dispositivo mostrato e come di seguito spiegato.

Questi ed altri vantaggi risultano evidenti da una descrizione più dettagliata  
15 del dispositivo e del metodo.

La prima barretta di grafite viene inserita parzialmente attraverso una parete di una camera tubolare, o semplicemente di un tubo. In prossimità è presente una porta per l'immissione di un gas inerte mediante un sistema di regolazione della pressione e della portata.

20 Nella parete opposta della camera tubolare è presente una porta per l'evacuazione del gas inerte immesso. Attraverso questa porta è possibile anche produrre il vuoto nella camera tubolare.

Secondo la presente invenzione, dopo che la testa della prima barretta è stata fatta entrare parzialmente a tenuta nella camera, viene fatto il vuoto  
25 all'interno. Successivamente viene fatto fluire un gas inerte all'interno

*Schivon Memo*





della camera che successivamente continua a fluire a valori mantenuti costanti di pressione e portata durante tutto il processo.

La barretta precedentemente inserita viene fatta avanzare a velocità costante verso un induttore disposto coassialmente all'esterno della camera  
5 tubolare .

L'induttore viene alimentato da un generatore ad alta frequenza quando la barretta, introdotta parzialmente in precedenza, inizia ad avanzare a velocità costante.

In prossimità dell'induttore la barretta viene investita dal campo  
10 elettromagnetico ad alta frequenza generato dallo stesso che inizia a scaldarne intensamente l'estremità per effetto delle forti correnti parassite indotte all'interno.

Durante l'attraversamento dell'induttore la testa della barretta di grafite riceve l'energia necessaria alla vaporizzazione e si dissolve prima  
15 dell'uscita dall'induttore. Lo stesso fenomeno si ripete su tutto il materiale della barretta che attraversa l'induttore.

Data la presenza di un forte campo elettromagnetico all'interno dell'induttore, data la temperatura elevata a cui viene portata la grafite dentro all'induttore prima della vaporizzazione, si innesca e si mantiene un  
20 plasma prodotto per via induttiva che staziona parzialmente all'interno ed immediatamente a valle dell'induttore.

I vapori di grafite che si sviluppano dalla barretta vengono mantenuti alla temperatura di vaporizzazione dapprima dalla presenza del plasma generato dall'induttore del sistema di riscaldamento ad induzione e successivamente  
25 mediante un'eventuale torcia aggiuntiva al plasma disposta subito a valle

Schivon Mauro



Data la presenza dei due plasmi induttivi in cascata, che consentono il mantenimento a temperature intorno a quella di vaporizzazione per un tempo sufficientemente lungo del materiale vaporizzato, viene favorito lo sviluppo la formazione e la crescita di fullereni e/o nanotubi di carbonio.

5 Vantaggiosamente per mantenere l'ambiente fisico adatto alla formazioni di fullereni e/o nanotubi possono essere realizzati più plasmi induttivi in cascata.

A valle del sistema, è previsto sull'uscita del flusso di gas, che trasporta anche i fullereni e/o nanotubi, un dispositivo che trattiene detti fullereni e/o  
10 nanotubi, vantaggiosamente realizzando in tale configurazione un sistema in continuo per la produzione di fullereni e/o nanotubi.

Infatti con tale accorgimento non occorre fermare il processo per raccogliere i fullereni e/o nanotubi prodotti entro la camera tubolare, dato che questi vengono trasportati al di fuori della camera dal flusso di gas e  
15 trattenuti dal dispositivo posto a valle della camera stessa.

Una spiegazione più precisa della presente invenzione è presentata nella descrizione dettagliata che segue.

#### Breve descrizione dei disegni

La Fig.1 rappresenta schematicamente un dispositivo per produrre fullereni  
20 e/o nanotubi di carbonio. Entro una camera tubolare 1, viene portata una barretta di grafite 9, fino a raggiungere il campo indotto da un induttore 11 posto coassialmente all'esterno della camera tubolare.

La Fig. 2 mostra schematicamente un miglioramento del funzionamento del dispositivo di Fig. 1, in cui, contemporaneamente all'ingresso della barretta  
25 di grafite entro il campo indotto, è fatto flussare un gas inerte, nello stesso

*Silvino Manno*



verso di direzione dello spostamento della barretta di grafite.

Con il riscaldamento induttivo della parte iniziale della barretta e la sua sublimazione (vaporizzazione) si ottiene l'innesco per la formazione del plasma ottenuto dal gas inerte.

- 5 La Fig. 3 mostra schematicamente il dispositivo di Fig. 1 integrato con un secondo induttore, posto a valle del primo, che mantiene e prolunga tale torcia di plasma, realizzando l'ambiente particolarmente adatto per la formazione del fullerene e/o dei nanotubi.

- 10 La Fig. 4 mostra schematicamente il dispositivo di Fig. 3 integrato da un dispositivo di raffreddamento della camera tubolare. A quest'ultima è applicato lateralmente un soffiutto lamellare, consentendo alla camera una traslazione lungo l'asse così da consentire di spostare la superficie surriscaldata sottostante all'induttore 11 fino a sotto la doccia 13 che la raffredda.

- 15 La Fig. 5 mostra schematicamente il dispositivo secondo la presente invenzione. In essa viene rappresentata la camera tubolare, con applicato lateralmente un soffiutto lamellare, le porte di immissione 6 ed evacuazione 2 del gas inerte, la valvola di intercettazione del flusso di gas inerte 7, una barretta di grafite infilata nel foro centrale dell'elemento di tenuta 8 della  
20 camera tubolare, l'induttore per il riscaldamento ad induzione disposto coassialmente all'esterno della camera con il relativo generatore di ad alta frequenza che lo alimenta, la doccia di raffreddamento di una porzione della camera disposta coassialmente all'esterno della camera, la torcia al plasma induttivo disposta coassialmente alla camera con il relativo  
25 generatore di alimentazione ad alta frequenza.

*Schivoni Mauro*



La Fig. 6 mostra schematicamente il dispositivo di fig. 5 migliorato dalla adozione di un concentratore di campo elettromagnetico, visibile in fig. 8 e con l'adozione di una particolare conformazione delle barrette di grafite mostrata in fig. 7.

- 5 La Fig. 9 mostra schematicamente una variante del dispositivo di fig. 6 in cui il concentratore di corrente è posto come elemento anulare in continuità con la camera tubolare in una posizione intermedia di essa, rendendo superflua l'adozione di una doccia di raffreddamento, essendo il concentratore provvisto internamente di cave 20 in cui scorre un fluido di  
10 raffreddamento.

#### Descrizione dettagliata dell'invenzione

Ora, facendo riferimento alla fig. 5, viene descritto in dettaglio di seguito un dispositivo ed un metodo per produrre fullereni e/o nanotubi di carbonio secondo la presente invenzione.

- 15 Ad una camera tubolare, o tubo 1, è applicato, alla estremità destra, un manicotto conico di evacuazione 2.

Sul lato sinistro del tubo 1 è applicato un manicotto tubolare 3, al quale è saldato ad un soffiutto lamellare 4 che a sua volta è saldato ad un altro manicotto tubolare 5. All'interno del manicotto tubolare 5 è alloggiata una  
20 bussola 8 dotata di un foro in corrispondenza all'asse.

Nel manicotto tubolare 5 è praticato un foro che riceve un tubo 6 per l'immissione di un gas inerte nella camera tubolare formata da 5, 4, 3, 1, 2.

Una barretta di grafite 9 è parzialmente introdotta a tenuta con il foro della bussola 8 nella camera.

- 25 Con le barrette che presentano la conformazione indicata nella Fig.7 è

Schivon Mauro



possibile inserire più barrette una dietro all'altra, la prima barretta 9 viene spinta in avanti lungo l'asse della camera 1 dalla seconda barretta 10 e così via per le successive.

Come visibile in fig. 6 e 9 , nella coda della barretta 9 è praticato un foro che consente di infilare un'altra barretta 10 che presenta in testa un codolo che si adatta al foro praticato sulla coda della barretta 9.

Il gas inerte immesso con l'apertura della valvola di intercettazione 7 attraversa il tubo 6, può fluire all'interno della camera ed uscire attraverso il manicotto di evacuazione 2.

Il dispositivo comprende inoltre, un induttore per il riscaldamento a induzione 11, realizzato in tubo di rame elettrolitico, disposto coassialmente al tubo 1, connesso ad un generatore ad alta frequenza 12, una doccia 13, sempre coassialmente al tubo 1, per il raffreddamento della superficie esterna del tubo 1 affiancata alla doccia, tale doccia 13 può impiegare come mezzo di raffreddamento un gas od un liquido che riceve attraverso la valvola di intercettazione 14.

Un secondo induttore per torcia al plasma, prodotto mediante accoppiamento induttivo 15, realizzato in tubo di rame elettrolitico, anch'esso disposto coassialmente al tubo 1, è alimentato da un generatore ad alta frequenza 16.

Secondo la presente invenzione, dopo che la parte anteriore della barretta 9 è stata infilata attraverso il foro della bussola 8, essendo realizzata la tenuta tra la ghiera 8 e la barretta 9, ed avendo preventivamente chiuso la valvola di intercettazione 7 viene realizzato il vuoto all'interno della camera attraverso il manicotto di evacuazione 2.

Schivoni Mouvo



In alternativa alla creazione del vuoto si può effettuare un preventivo lavaggio della camera con gas inerte.

Secondo la presente invenzione successivamente viene aperta la valvola di intercettazione 7 e viene immesso un gas inerte nella camera attraverso il  
5 tubo 6 che attraversa la camera ed esce passando attraverso il manicotto di evacuazione 2.

La pressione e la portata di gas inerte nella camera possono essere regolate attraverso una regolazione della valvola di intercettazione/regolazione 7 e/o una variazione del grado di aspirazione applicato al manicotto di  
10 evacuazione 2.

Viene realizzato pertanto un flusso di gas inerte lungo l'asse della camera. Questo flusso regolare di gas inerte viene poi mantenuto durante tutto il processo di produzione di fullerene e/o nanotubi di carbonio.

Secondo la presente invenzione, la barretta 9, dopo essere stata inserita  
15 parzialmente all'interno della camera, viene fatta avanzare a velocità costante in asse verso l'induttore 11.

Prima che la testa della barretta 9 entri nell'induttore 11 questo viene alimentato dal generatore ad alta frequenza 12, nell'induttore 11 circola pertanto una forte corrente ad alta frequenza che genera all'interno  
20 dell'induttore 11 un forte campo elettromagnetico sempre ad alta frequenza che si richiude all'esterno dello stesso.

Una volta che la testa della barretta 9 arriva, avanzando sempre a velocità costante, in prossimità della prima spira dell'induttore 11 viene investita dall'intenso campo elettromagnetico generato dallo stesso che inizia a  
25 scaldarne l'estremità per effetto delle forti correnti parassite ad alta

Schivon Mauro



frequenza indotte all'interno.

Secondo la presente invenzione, la barretta 9 continua ad avanzare a velocità costante e durante l'attraversamento dell'induttore 11 la testa della barretta riceve l'energia necessaria alla vaporizzazione dal campo elettromagnetico ad alta frequenza e pertanto la testa della barretta 9 si dissolve sotto forma di vapori di carbonio prima dell'uscita dall'induttore 11.

Quanto descritto al punto precedente per la testa della barretta di grafite si ripete per tutto il materiale della barretta di grafite che attraversa l'induttore.

Data la presenza di un forte campo elettromagnetico all'interno dell'induttore 11, data la temperatura elevata a cui viene portata la grafite 9 all'interno dell'induttore 11, prima della vaporizzazione, dato il flusso di gas inerte che durante tutto il processo continua sempre a passare all'interno del tubo 1 tra barretta e tubo stesso nella zona affacciata all'induttore 11, si innesca e si mantiene un plasma 18 prodotto per via induttiva che staziona all'interno del tubo 1 nella zona terminale ed a valle della barretta di grafite 9.

I vapori di grafite che si sviluppano dalla barretta 9 vengono mantenuti alla temperatura di vaporizzazione dapprima dalla presenza del plasma 18 generato dall'induttore 11 del sistema di riscaldamento ad induzione e successivamente mediante una seconda torcia aggiuntiva al plasma 19 creata da un secondo induttore 15 disposto subito a valle del primo, ed alimentato dal generatore ad alta frequenza 16.

Data la presenza dei due plasmi induttivi 18, 19, in cascata, che consentono

Schivoni Mauro



il mantenimento a temperature intorno a quella di vaporizzazione per un tempo sufficientemente lungo il materiale vaporizzato, viene favorito lo sviluppo la formazione e la crescita di fullereni e/o nanotubi di carbonio.

Nella zona all'interno del tubo 1 situata in corrispondenza dell'induttore 11  
5 di riscaldamento a induzione, dove la barretta 9 viene vaporizzata in continuo, in tale zona essa sviluppa una intensa potenza radiante che investe e riscalda notevolmente la superficie interna del tubo 1; la superficie interna di questa zona del tubo 1 riceve inoltre calore dal gas inerte che flussa continuamente e viene riscaldato per irraggiamento e  
10 convezione dalla barretta 9 che si trova in quella zona a temperature prossime o superiori a quella di vaporizzazione del carbonio.

Pertanto in detta zona la superficie interna del tubo 1 non deve raggiungere temperature troppo elevate.

A tale proposito la superficie esterna della zona di tubo 1 immediatamente a  
15 valle dell'induttore 11 di riscaldamento ad induzione viene raffreddata mediante una doccia 13 che spruzza dei getti di un mezzo di raffreddamento che può essere un liquido od un gas, contemporaneamente viene realizzato il movimento avanti indietro del tubo 1 e del manicotto conico 2 in modo solidale.

20 Questo movimento alternativo è consentito dalla presenza del soffietto 4.

Il vantaggioso utilizzo del concentratore di corrente disposto in continuità alla camera tubolare come un elemento anulare, rende superflua l'adozione di una doccia, per smaltire il detto calore, in quanto la zona maggiormente interessata dal riscaldamento per irraggiamento e convezione non risulta  
25 con tale disposizione la camera tubolare 9, ma bensì il concentratore.

Schivoni Mauro





E' da notare che con pressione di lavoro maggiore di quella atmosferica non necessita utilizzare una pompa a vuoto applicata alla porta di uscita 2, per il vuoto iniziale e l'evacuazione del gas inerte durante il funzionamento. La necessita della pompa a vuoto si presenta invece se la pressione di lavoro è inferiore a quella atmosferica, e quindi necessita pure l'utilizzo di un sistema a tenuta.

#### Esempio 1

Fullereni e nanotubi sono stati prodotti usando il dispositivo mostrato in fig. 5.

Come materiale precursore è stata utilizzata una barretta di grafite con grado di purezza non inferiore a 99,99% avente diametro pari a 6mm.

La barretta è stata inserita parzialmente a tenuta all'interno di una camera tubolare di diametro esterno pari a 18mm costituita da un materiale trasparente al campo elettromagnetico con le seguenti proprietà termiche:

massima temperatura di funzionamento continuativo in ambiente inerte: 2800 K;

conducibilità termica a 293 K: 35 W/mK.

Dopo aver fatto il vuoto nella camera tubolare è stato fatto fluire gas argon alla pressione di circa  $70 \times 10^3$  Pascal con una portata tra i 6 e gli 10 lt/min.

Per la vaporizzazione in continuo della barretta è stato utilizzato il campo elettromagnetico generato da un induttore, in tubo di rame elettrolitico raffreddato con acqua distillata, lungo 17mm formato da tre spire isolate di diametro interno 19mm collegato ad un generatore ad alta frequenza funzionante a 800kHz.

Schäfer Mauro



Prima di introdurre la barretta di grafite nell'induttore, funzionamento a vuoto senza il carico costituito dalla barretta, il generatore è stato regolato per assorbire dalla rete di alimentazione una potenza di 24kw.

5 Durante il funzionamento a regime, con la barretta inserita nell'induttore e che avanzava alla velocità da 0,6 a 1 mm/sec all'interno dell'induttore, il generatore assorbiva dalla rete di alimentazione una potenza di 38kw.

#### Esempio 2

10 Fullereni e nanotubi sono stati prodotti assolutamente nella stessa maniera descritta nell'esempio 1 con l'unica eccezione che è stata introdotta immediatamente a valle della doccia un induttore, in tubo di rame elettrolitico raffreddato con acqua distillata, lungo 28mm formato da tre spire di diametro interno 26mm collegato ad un generatore ad alta frequenza funzionante a 13.56 MHz.

15 Durante il funzionamento a vuoto descritto nell'esempio 1, il generatore ad alta frequenza assorbiva dalla rete di alimentazione una potenza di 1950W.

Durante il funzionamento a regime, descritto nell'esempio 1, il generatore ad alta frequenza assorbiva dalla rete di alimentazione una potenza di 2950W.

#### Esempio 3

20 Fullereni e nanotubi sono stati prodotti nella stessa maniera descritta nell'esempio 1 con la differenza che il gas fatto fluire entro la camera tubolare era composto da una miscela contenente idrogeno con percentuali di circa il 2% del gas inerte.



Schivano Mauro

## RIVENDICAZIONI

- 1) Dispositivo per la produzione di fullerene e/o nanotubi comprendente un induttore (11) collegato ad un generatore di campo elettromagnetico (12), un elemento di grafite (9) adatto ad essere  
5 investito dal detto campo elettromagnetico di detto induttore (11).
- 2) Dispositivo per la produzione di fullerene e/o nanotubi secondo la rivendicazione 1 caratterizzato dal fatto che tra induttore (11) ed elemento di grafite (9) è fatto fluire un gas inerte.
- 3) Dispositivo per la produzione di fullerene e/o nanotubi secondo la  
10 rivendicazione 2 caratterizzato dal fatto che il flusso di detto gas è confinato entro un tubo (1) trasparente al campo elettromagnetico coassiale all'induttore (11) posto tra induttore (11) ed elemento di grafite (9).
- 4) Dispositivo per la produzione di fullerene e/o nanotubi secondo la  
15 rivendicazione precedente caratterizzato dal fatto che detto tubo (1) è a tenuta avente su di una estremità l'ingresso dell'elemento di grafite (9) e del flusso del gas inerte e sulla estremità opposta l'uscita del detto gas inerte.
- 5) Dispositivo per la produzione di fullerene e/o nanotubi secondo la  
20 rivendicazione precedente caratterizzato dal fatto che sull'uscita del gas inerte è installato un dispositivo per la raccolta di fullerene e/o nanotubi.
- 6) Dispositivo per la produzione di fullerene e/o nanotubi secondo la rivendicazione 1 caratterizzato dal fatto che a valle del primo induttore  
25 (11) è presente almeno un secondo induttore (15).

Schäfer von Manno



- 7) Dispositivo per la produzione di fullerene e/o nanotubi secondo la rivendicazione 1 caratterizzato dal fatto che adiacente al primo induttore (11) è posta almeno una doccia di raffreddamento (13) ed il tubo (1) è suscettibile di uno spostamento assiale, consentendo di spostare la superficie posta sotto l'induttore (11) a sotto la doccia (13) ed al successivo ripristino.
- 8) Dispositivo per la produzione di fullerene e/o nanotubi secondo le rivendicazioni 6 e 7 caratterizzato dal fatto che la doccia (13) è interposta tra i due induttori (11, 15).
- 9) Dispositivo per la produzione di fullerene e/o nanotubi secondo la rivendicazione 1 caratterizzato dal fatto che l'elemento di grafite (9) è costituito da più barrette (9, 10) conformate in modo tale da impilarsi e sostenersi a sbalzo, consentendo la spinta innanzi della barretta (9) sottostante al campo induttivo da parte della barretta posteriore (10).
- 10) Dispositivo per la produzione di fullerene e/o nanotubi secondo la rivendicazione 1 caratterizzato dal fatto che l'elemento di grafite (9) è costituito da grafite di purezza non inferiore a 95%.
- 11) Dispositivo per la produzione di fullerene e/o nanotubi secondo la rivendicazione 1 caratterizzato dal fatto che l'elemento di grafite (9) è drogato o composto, con entro almeno un foro interno, od impastata con metalli di transizione tra cui: Co, Ni, Sc, V, Cr, Fe, Cu, Y, Zr, Nb, Mo, Pd, Ta, W, Au, Th, U, La, Ce, Pr, Nd, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Lu, che agiscono come catalizzatori per la creazione di fullereni e/o nanotubi, nella percentuale  $> 1\%$  ed  $< 15\%$  riferito al volume della barretta.

Schivano Mauro



12) Dispositivo per la produzione di fullerene e/o nanotubi secondo la rivendicazione 1 caratterizzato dal fatto che internamente in maniera coassiale a detto induttore (11) è posto un concentratore di corrente (17), all'interno del quale viene inserito detto elemento di grafite (9), il quale detto concentratore (11) concentra il detto campo elettromagnetico nella parte della detta barretta di grafite (9) entrante in esso.

13) Dispositivo per la produzione di fullerene e/o nanotubi secondo la rivendicazione 3 e 12 caratterizzato dal fatto che detto concentratore di corrente (17) è posto come elemento anulare in continuità a detto tubo (1).

14) Dispositivo per la produzione di fullerene e/o nanotubi secondo la rivendicazione precedente caratterizzato dal fatto che detto concentratore di corrente (17) è provvisto internamente di cave (20) per lo scorrimento di un fluido di raffreddamento.

15) Metodo per la produzione di fullerene e/o nanotubi caratterizzato dal fatto che, in atmosfera sostanzialmente inerte o sottovuoto, viene generato un campo elettromagnetico ad alta frequenza, quindi un elemento di grafite (9) viene progressivamente inserito entro detto campo elettromagnetico ad alta frequenza, il quale elemento (9) investito inizialmente ad una sua estremità da detto campo, si scalda fino alla vaporizzazione e il detto elemento continua il proprio avanzamento entro il detto campo.

16) Metodo per la produzione di fullerene e/o nanotubi secondo la rivendicazione 12 caratterizzato dal fatto che intorno al detto elemento

Schäfer Mauro



di grafite (9) è fatto fluire un gas sostanzialmente inerte, nella medesimo verso di avanzamento del detto elemento (9).

17) Metodo per la produzione di fullerene e/o nanotubi secondo la rivendicazione precedente caratterizzato dal fatto che detto gas sostanzialmente inerte si trasforma in plasma (18) nell'intorno della zona di vaporizzazione di detto elemento di grafite (9).

18) Metodo per la produzione di fullerene e/o nanotubi secondo la rivendicazione precedente caratterizzato dal fatto che detto plasma (18, 19) è mantenuto tale da almeno un secondo campo elettromagnetico ad alta frequenza posto a valle del primo detto campo.

19) Metodo per la produzione di fullerene e/o nanotubi secondo la rivendicazione 13 o 14 o 15 caratterizzato dal fatto che il detto elemento di grafite (9) ed il flusso del gas inerte è confinato entro un tubo (1) trasparente al campo elettromagnetico.

20) Metodo per la produzione di fullerene e/o nanotubi secondo la rivendicazione precedente caratterizzato dal fatto che detto tubo (1) è a tenuta e presenta su di una estremità un ingresso per detto elemento di grafite (9) ed in prossimità di detto ingresso una porta per il flusso del gas inerte e presenta in prossimità della estremità opposta una porta per l'uscita di detto gas inerte.

21) Metodo per la produzione di fullerene e/o nanotubi secondo una o più delle rivendicazioni precedenti caratterizzato dal fatto di essere un metodo in continuo con la raccolta del fullerene e/o nanotubi prodotti tramite un dispositivo posto sull'uscita del gas inerte.



25 Li

11 DIC. 2002

Il Richiedente

Schiavon Mauro

Fig. 1

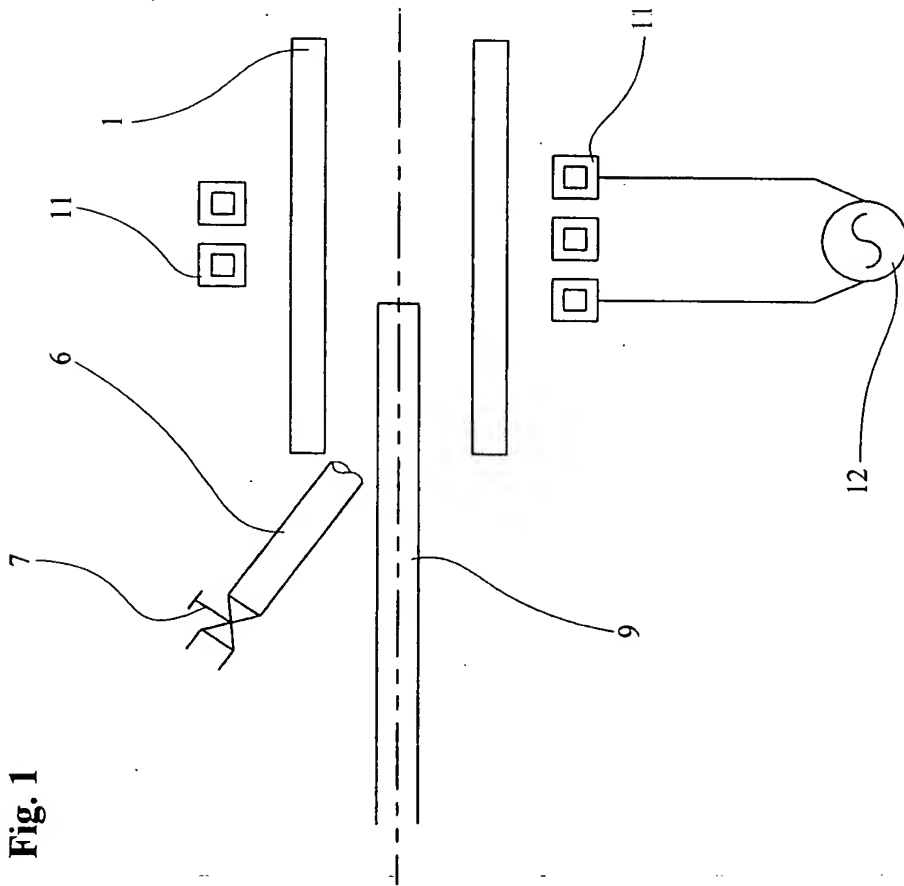
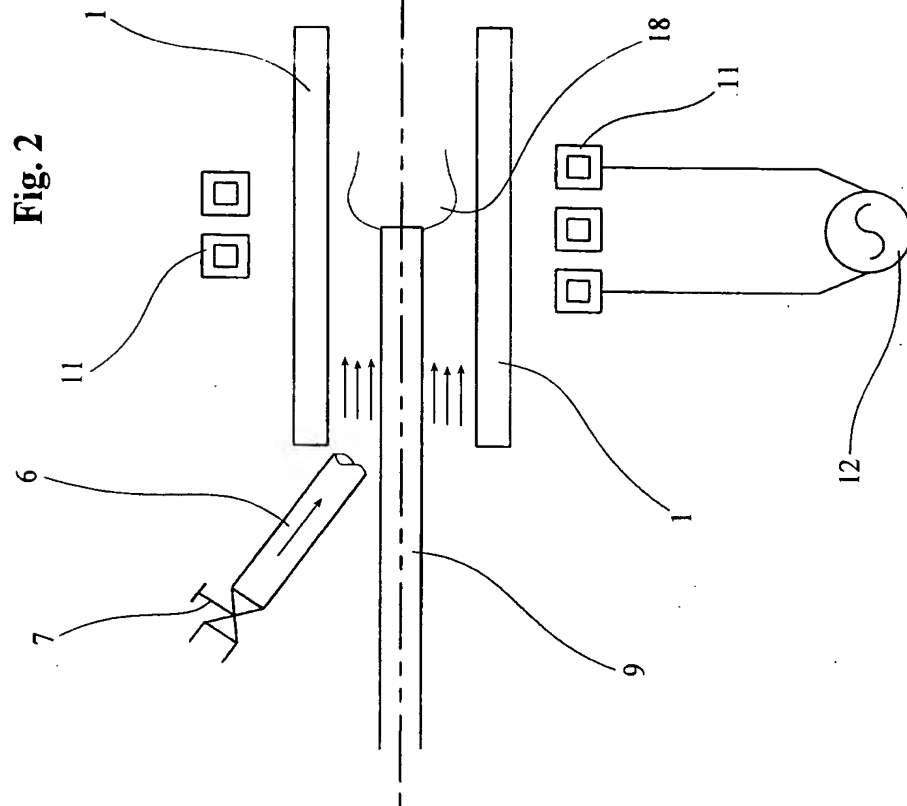


Fig. 2

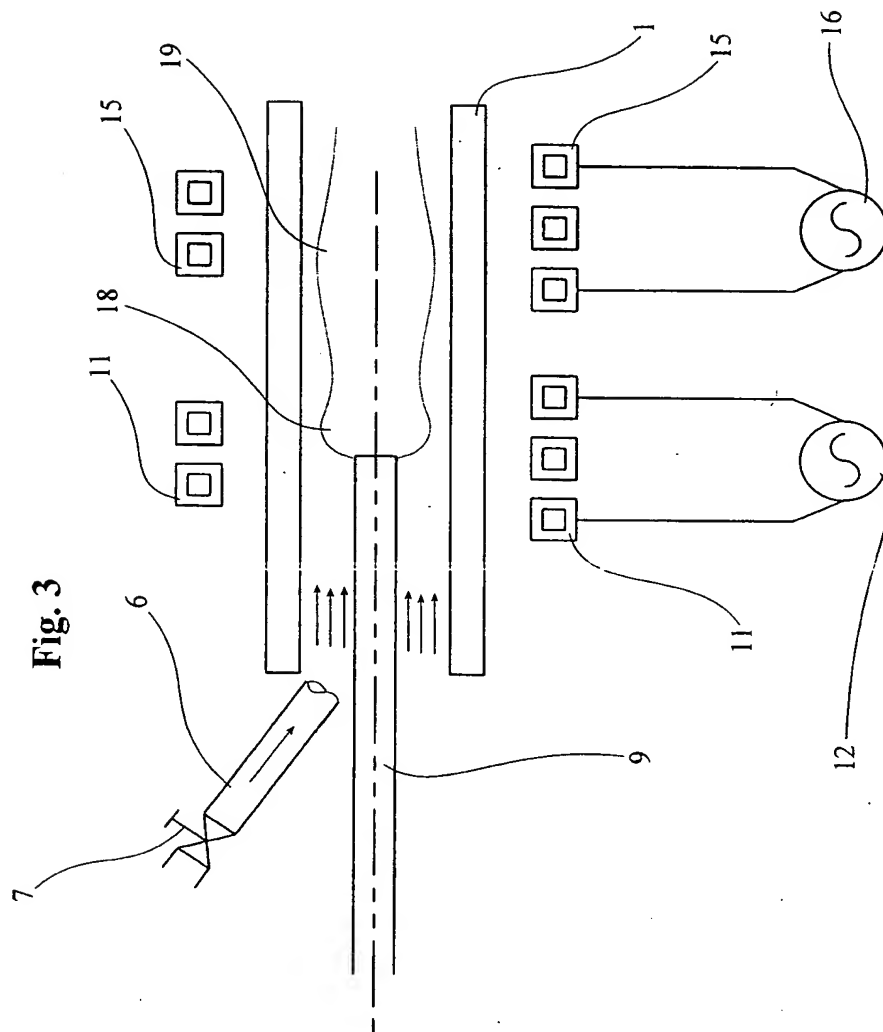


11 DIC. 2002

Schiavon Mauro

PD 2002 A 0003 16

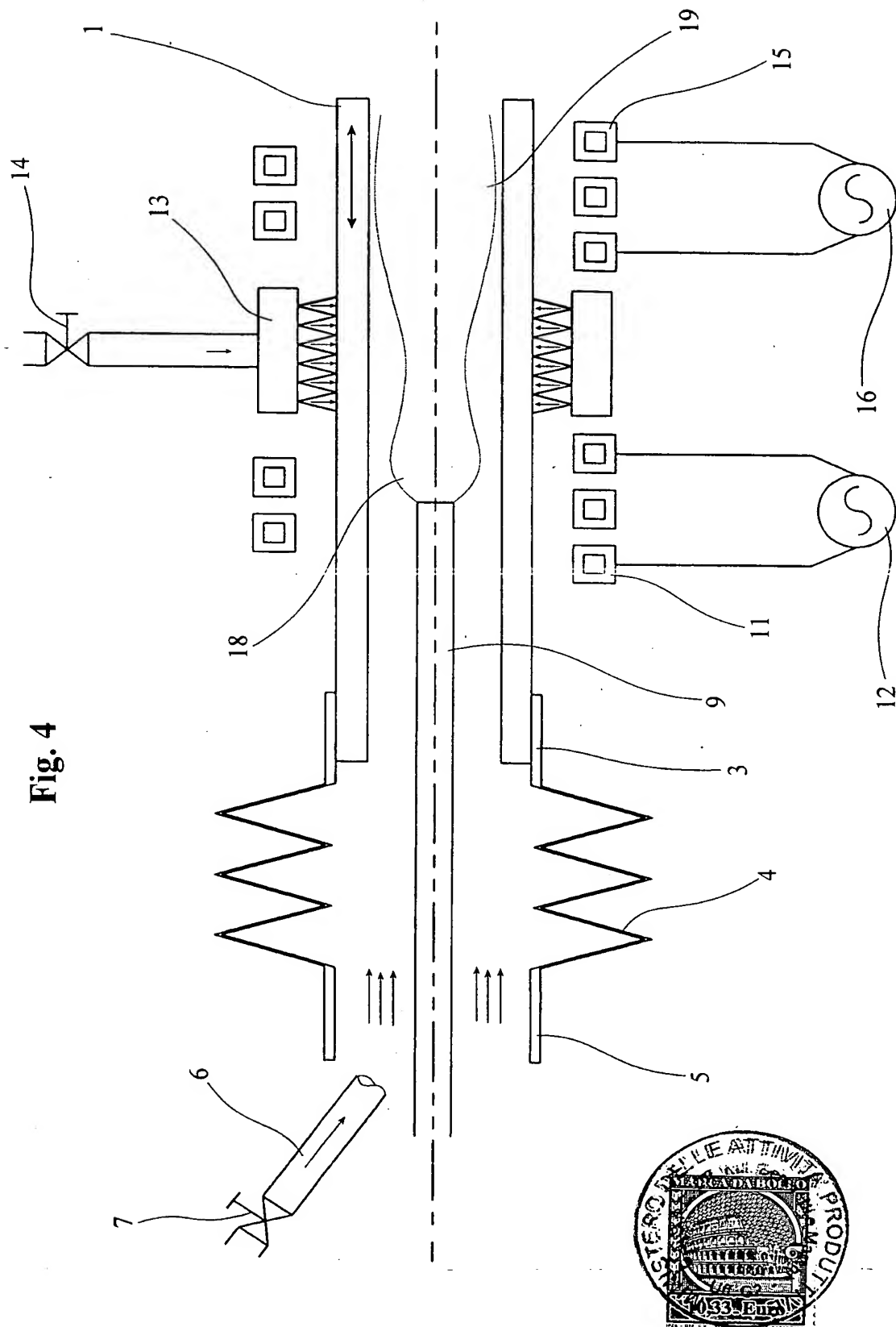
Schöner Maurer



11 DIC. 2002



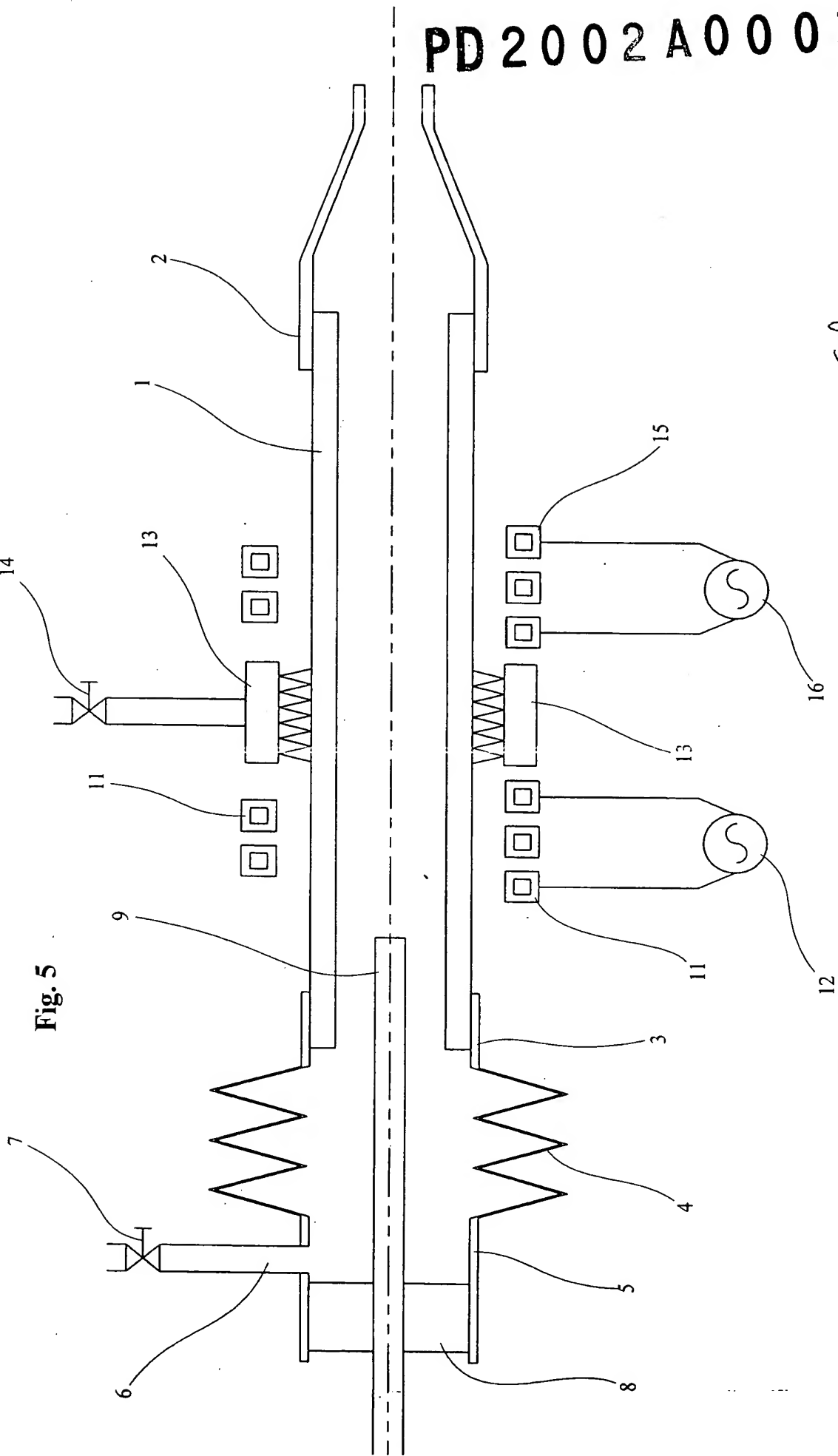
**Fig. 4**



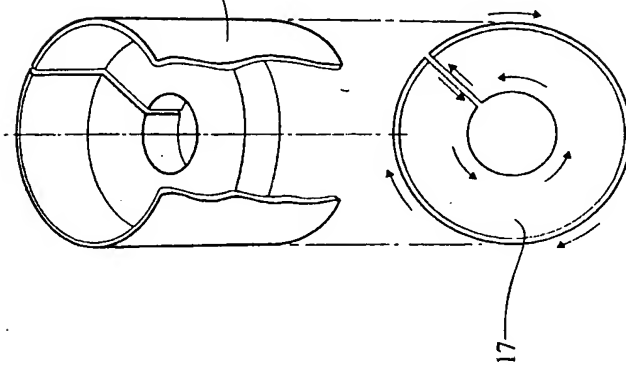
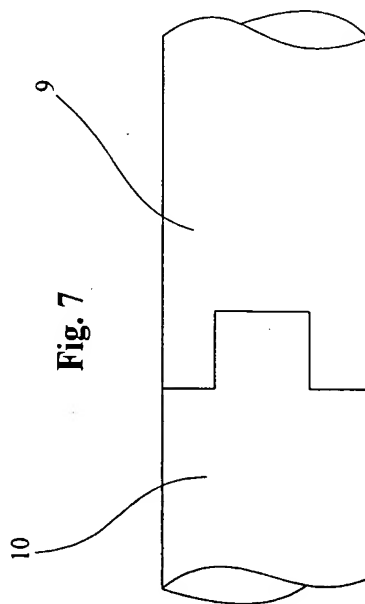
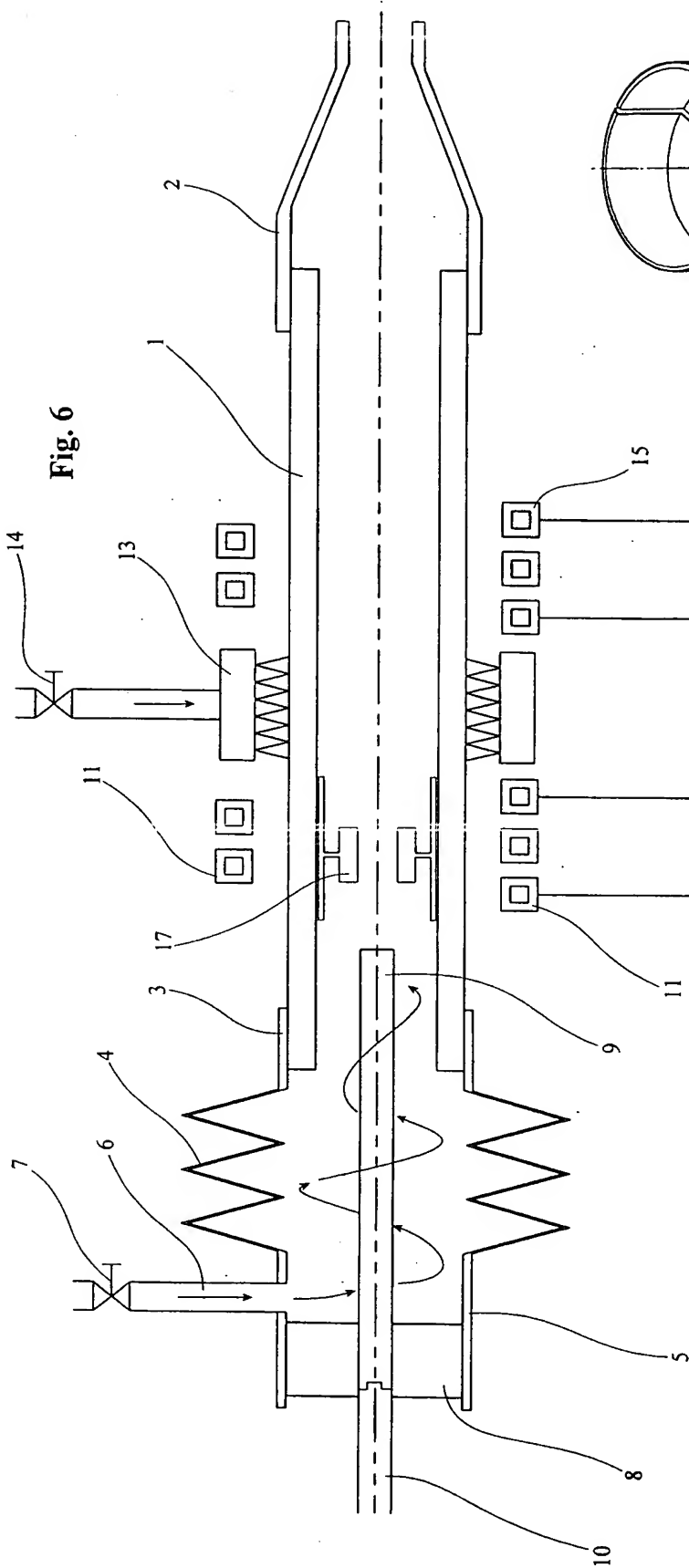
2002



Schivony Nuovo



11 DIC. 2002



11 DIC. 2002

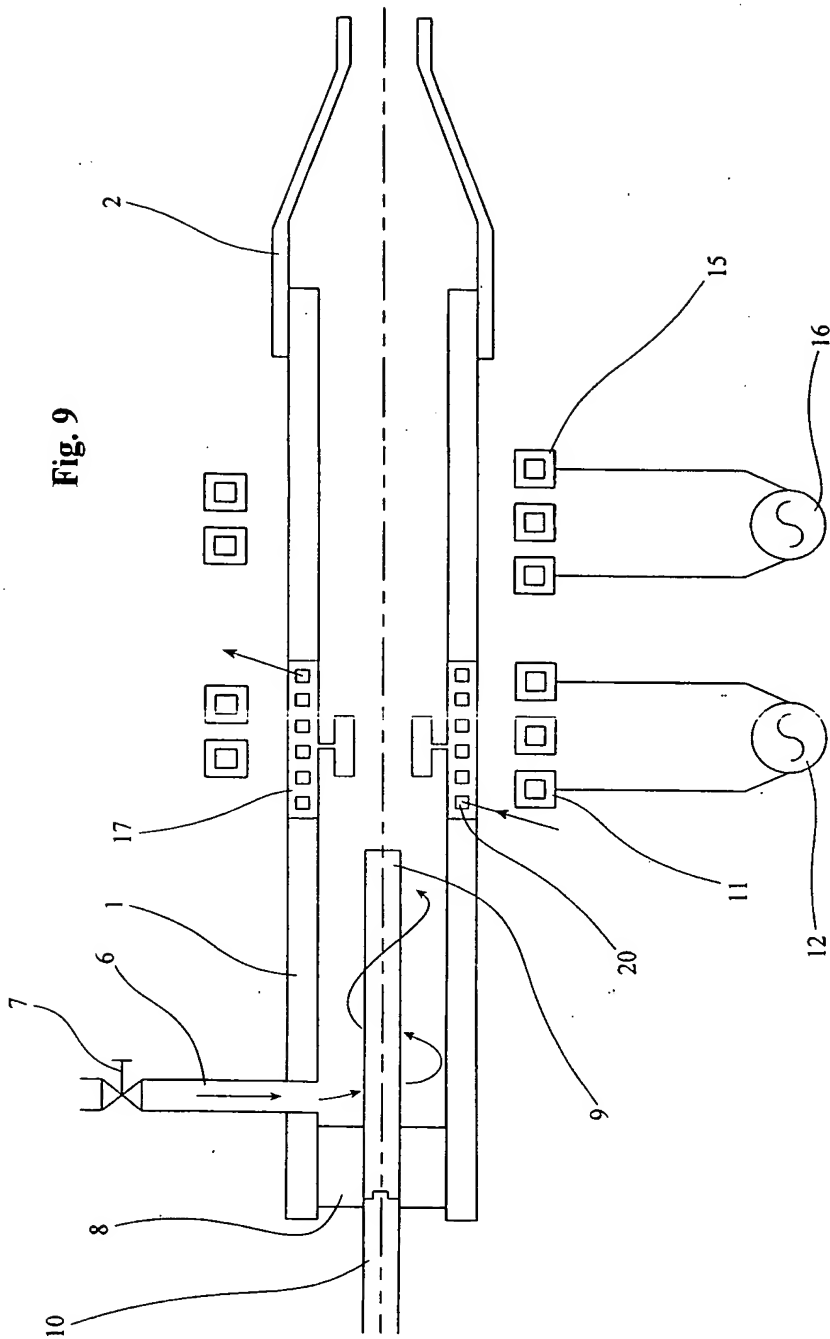
Schivoni Mauro

Schüch von Mauro



11 DIC. 2002

Fig. 9



**Certification of translations**

I, the undersigned Mauro Schiavon, born on 24 DECEMBER 1959 and resident in Padova, Via Luxardo 38, Italy, hereby certify that the English text attached hereto is a true and correct translation of the original document italian patent PD 02 A 316.

*Schiavon Mauro*

## TITLE

Device and method for producing fullerene and/or nanotubes

## ABSTRACT

5 Refer to a device and method for producing fullerene and/or nanotubes.

A graphite rod, partially vacuum-tight inserted inside a tubular chamber where an inert gas flows, is vaporized advancing at constant speed through an inductor of an induction heating system that is coaxially displaced around the tubular chamber, where the high frequency electromagnetic  
10 field, generated from the inductor, produces at the same time the necessary heat for the continuous vaporization of the rod and an inductive coupled plasma.

The developed carbon vapours are subsequently maintained at high temperature by the inductive plasma generated from the induction heating  
15 system.

By this way a large amount of fullerene and/or nanotubes are produced in continuous and with a high yield.

TITLE: device and method for producing fullerene and/or nanotubes

5 Field of invention

The present invention relates to a device and a method for producing fullerene and/or nanotubes

Background of the invention

Since the year 1985 only two forms of crystalline carbon were well-  
10 known: the three-dimensional form, typical of diamond, and the graphitic form, consisting in crystalline parallel planes weakly interacting between them.

American scientist Richard E. Smalley studies led to the discovery of a third allotropic form of carbon atoms: the fullerene.

15 Fullerene are nearly spherical "cages", made of tidy disposition of hexagonal and pentagonal structures of carbon atoms. The number of polygons and their relative ratio determine form and dimensions of fullerene.

The first discovered fullerene was C<sub>60</sub> that has the same shape of a  
20 soccer ball and it is for this reason that C<sub>60</sub> is known also with the name of "Buckyball"

Fullerene may contain numbers of carbon atoms ranging from 20 to 500 or more.

This family of compounds took the name "fullereni" in honor of architect Richard Buckminster Fuller, whose creations named "geodetic domes" remember the fullerene structure.

Starting from the fullerene discovery, due to Dr. Smalley, many studies have been done to determine their physical and chemical properties and the possible applications.

Nowadays, some applications have been developed, but having limited diffusion due to the material high costs; in any case, it is a diffuse opinion that in the future fullerene may be used on large scale in many areas to realize sensors, probes, nano-electronic devices, batteries, supercapacitors, catalysts, superconductors, therapeutic agents, etc..

In account of mentioned present applications and potentiality of fullerene, it has been decided to develop a method and a device for producing continuously a considerable amount of fullerene at low cost and with high yield.

Carbon nanotubes were discovered in 1991 from the Japanese researcher Sumio Iijima, who observed their presence in the secondary products of fullerene production.

It is not possible to give an exact definition of carbon nanotube, considering the great sort of sizes and forms that they may present.

Nevertheless, it is generally possible to divide nanotubes in two great families: single walled nanotubes or SWNT and multi walled nanotubes or MWNT.



An ideal SWNT may be described as a tubular structure of carbon atoms made of a graphite layer rolled up to form a cylinder and with the ends closed with two hemispherical caps.

Nanotube body is formed only by hexagons, while the closing structures (two hemispheres) are formed from hexagons and pentagons as fullerene.

For this reason SWNT may be considered as a kind of "giant fullerene" and, also for this motive, they are called "buckytubes".

The real nanotubes present often some structural defects or some imperfections in the geometric structure (for example the presence of pentagons and octagons in the nanotube body) that deform the ideal cylinder.

The SWNT diameter is comprised between a minimum of about 0,5 nm and a maximum of about 10 nm, but in most cases the diameter is lower to 2nm. Length may reach several micrometers.

The great ratio between the length and the diameter of SWNT nanotubes consent to consider them as virtually monodimensional nanostructures, but with a hollow configuration and a great external surface that give to these molecules peculiar properties.

MWNT are nanotubes formed from more concentric SWNT, and are so called nanotubes with "multiple wall".

Bonds may be present between the various concentric walls.

The diameter of MWNT is generally greater than that of SWNT, it grows with the walls number, where it might reach some tens of nanometer.

MWNT often shown a great number of defects in their structure, and they exhibit an extreme variety of shapes in their end zones.

Beginning from the nanotubes discovery by Iijima, many studies have been done to determine their physical and chemical properties, and

5 Since their confirmed unique chemical-physical properties, carbon nanotubes attract great attention for potential applications in many technical fields: to storage hydrogen, to be integrated in logic circuits, as field emitters, to realize carbon fibres for light and super-resistant composite materials. Many other possible application are  
10 now being looking for.

Fullerene and carbon nanotubes are actually produced, for selling and/or for research aim, utilizing several methods, the most important are listed below.

In all methods the presence of a carbon source is required and some  
15 are based on vaporization of graphite bulk (so working at very high temperature).

Vaporization method by arc discharge;

vaporization method by laser ablation;

vaporization method by concentration of solar energy;

20 vaporization by direct current flow;

vaporization method by inductive coupled plasma;

vaporization method by sputtering;

vaporization method by electronic beam bombardment.

Other methods are based on the decomposition of carbon containing  
25 precursors in gas or liquid phase.

Method of thermal decomposition of a precursory material in gas or vapour phase in presence of catalysts at low temperature (450 - 800°C), or at high temperature (800 - 1200°C), inside a chemical vapor deposition (CVD) reactor.

- 5 CVD method in gas phase at high pressure with carbon monoxide as precursory material (HIPco).

Method for chemical vapor deposition enhanced by radio frequency plasma (PE-CVD). With regard to this method, the literature reports an experimental process working at ambient temperature.

- 10 Method for chemical vapor deposition enhanced by microwave plasma (MP-CVD).

Dissociation method with plasma produced by microwave.

Dissociation method with plasma produced by inductive coupled.

Flame combustion method.

- 15 Other combined methods exist, utilizing both graphite electrodes vaporization by arc discharge and inert gas or vapour or injection of precursory material containing carbon.

The main reason why fullerene and carbon nanotubes are not yet widely and abundantly used, in spite of their extraordinary and  
20 recognized properties, is the lack of a production method able to work in continuous and to realize great amount of product with high yield at reasonable costs.

In fact, in all the listed methods that involve graphite vaporization the achieving productions are very low and with low yield; only the laser

ablation vaporization method realize a good yield of carbon nanotubes in relation to the amount of precursory material vaporized. Except the method of vaporization by direct current flow, all the others are characterized from source of energy that arise outside the graphite block.

In this way, the energy coming from outside is transferred to the graphite surface and the generated heat quickly diffuse into the graphite.

A good thermal conductivity of precursor material represents an intrinsic limit to the possibility to effectively concentrate the heat necessary to vaporization without inside diffusion.

Therefore, only the laser ablation vaporization method present a specific power and a beam incidence time that do not allow the heat diffusion inside; on the other hand, this method is able to vaporize fewest amount of graphite.

The direct current flow method consents to generate directly the heat necessary to vaporize inside the graphite, but it presents the problem that it is necessary to produce very high currents with very low supply voltage.

Furthermore, configurations based on this method do not permit a continuous production.

Besides described limits, all the graphite vaporizing methods present another inherent to an efficient carbon nanotubes formation: after the graphite vaporization, at over 3800 K, graphite vapours are quickly cooled in an environment or in an inert gas flow at temperatures not

over to 1100÷1200°C, condition unfavorable for the formation and the intensive growth of carbon nanotubes.

With the methods based on the decomposition of carbon precursory in gas or vapour phase it is possible to realize productions considerably greater in respect to the vaporization technique of graphite bulk

In particular, with CVD technique it is possible to realize carbon nanotubes in amounts that may begin to be economically interesting and encouraging for their use and spreading.

On this matter, it may be mentioned the project that the Japanese company Mitsui & Co, Ltd is bringing on in Akishima town for the production on large scale of multi walled carbon nanotubes with diameter of about 20 nm.

The carbon nanotubes formed with CVD technique present the main disadvantages that they are generally multi walled (MWNT) with diameters of some decine of nanometer and they are often strew of defects, so resulting less interesting in many applications in respect to the single walled nanotubes (SWNT).

In fact multi walled nanotubes (MWNT) generally present less mechanical, electrical and thermal properties than SWNT.

Among the methods based on gas or vapour phase decomposition of carbon precursor, it is interesting to mentioned the process named "Hipco". This is claim to be able to produce carbon nanotubes single walled with amount not yet interesting at the moment and, in any case, at very high prices.

### Aim of the invention

It is a purpose of the present invention to provide a new method and a new device able to resolve part of the problems described above.

It is another purpose of the present invention to provide a method  
5 and a device capable to produce continuously large amounts of fullerene and/or nanotubes at low costs and with high yield.

### Summary of the invention

The purposes of the present invention are achieved by means of a device and a method for nanotubes, fullerene and their derivatives  
10 syntheses characterized as expressed in the claims 1 and 15.

Very advantageously the device provides that the graphite is interested by an electromagnetic field generated by an inductor coaxially positioned outside a tubular chamber. The advantage in using such a tubular chamber consists in having the production in a  
15 physical environment particularly suitable for the creation of fullerene and/or nanotubes without the use of catalyst.

The improvement obtainable with catalyst consists in an increase of the production yield, particularly for nanotubes formation.

The physical conditions suitable for fullerene and/or nanotubes  
20 formation are realized by flushing into the tubular chamber, along the direction of graphite movement, an inert gas that, due to the presence of a strong electromagnetic field, to the high graphite temperature into the inductor and the presence of ions, give rise to an inductive plasma that stays in the inductor and afterward.

In this way the graphite vapors that leave the rod are immediately inside a plasma sheath with very high temperature.

A noticeable improvement of fullerene and/or nanotube production yield is obtained by using a second inductor, arranged afterward the  
5 first one, that generates a further inductive plasma maintaining the graphite vapors at high temperatures.

In this way an ideal thermo-physical environment is created, that is sufficiently prolonged in space to allow optimal conditions for fullerene and/or nanotubes formation to be reached during the  
10 permanence time of graphite vapors in such an environment.

It is profitable the use of a tubular vacuum chamber having one port for the inlet of an inert gas and another port, on the opposite side, for inert gas evacuation. By means of these two ports it is advantageously possible to control the gas flux with a flow and  
15 pressure control system. By variations of flow and pressure inside the chamber it is possible to modify the two plasma zones.

From the same evacuation port it is also possible to pump down the vacuum in the tubular chamber.

Obviously, the entrance of graphite rod in the tubular chamber is  
20 made in such a way to maintain the vacuum-tight of the system.

Advantageously it is possible to utilize graphite rods with ends appropriately machined to stack up the rods in a way that the previous rod sustains and pushes the following one inside the electromagnetic field.

A helpful cooling system for the tubular chamber, that is heated from the intense thermo-physical phenomena that happen inside, provides a quench between the two inductors.

Such quench is constituted by a tubular ring with several jets that  
5 eject a fluid that supply and cool down the external side of the tubular chamber removing the excess heat.

By moving the tubular chamber with an alternative translational movement along its axis, the heavily heated surface (inside the first inductor) is moved under the quench for the cooling and then moved  
10 again into the inductor.

In order to efficiently use the produced field, it is possible to concentrate it on the graphite rod end by a current concentrator coaxially disposed around the rod itself and inside the tubular chamber.

15 In alternative to a pure graphite rod, to improve and increase the nanotubes production, the device provides the use of a doped graphite, or a graphite rod with a hole containing a transition metal; or a graphite rod mixed with transition metal powders, including Co, Ni, Sc, V, Cr, Fe, Cu, Y, Zr, Nb, Mo, Pd, Ta, W, Au, Th, U, La, Ce, Pr,  
20 Nd, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Lu, that act as catalysts (with a percentage  $> 1\%$  and  $< 15\%$ , referred to rod volume).

The advantageous realization of such a method for fullerene and/or nanotubes formation is concretised in the use of the device explained in the following.



The mentioned and other advantages are evident in a more detailed description of both device and method.

The first graphite rod is partially inserted across the wall of a tubular chamber or, more simply, of a tube. In the nearby a port for the admission of an inert gas is present with a suitable flow and pressure regulation system.

On the opposite side a port for the gas evacuation is present and it is also used for the vacuum pumping of the tubular chamber.

In accord with the present invention, after the end of the first rod is partially introduced in a vacuum tight manner into the chamber, the vacuum is produced. Successively, an inert gas is fluxed into the chamber, keeping constant values for both flow and pressure during the entire process.

The previously inserted rod is moved at constant velocity toward a inductor coaxially positioned outside the tubular chamber.

The inductor is supplied by an high frequency voltage generator when the rod start the movement at constant velocity.

In the close proximity of the inductor the rod is immersed in the high frequency electromagnetic field generated from the same inductor and the end of the rod is strongly heated by the intense induced eddy currents.

During the passage into the inductor the end of the graphite rod receives enough energy for the complete vaporization and it is dissolved before to exit. The same phenomenon is repeated for all the rod material that crosses the inductors.

Since the presence of a strong electromagnetic field inside the inductor and the high temperature reached by the graphite before the vaporization, an inductive plasma is triggered inside and afterward the inductor.

- 5 The graphite vapours generated from the rod are maintained in turn at the vaporization temperature before from the mentioned plasma and after by an additional plasma torch eventually located afterward. Since the presence of the two inductive plasma cascade, that allow to maintain the vaporized material at temperatures near to vaporization
- 10 value for a sufficient time, the formation and grow of fullerene and/or nanotubes are made possible.

Favourably, to sustain such suitable environment for fullerene and/or nanotubes formation, several inductive plasmas could be set up in cascade.

- 15 Afterward the described device, a apparatus is provided at the exit of the gas flow, that collect the fullerene and/or nanotubes produced and transported within the gas flux, so profitably realizing a device for the continuous production of fullerene and/or nanotubes.

- In fact, in this way it is not necessary to stop the process to gather
- 20 the fullerene and/or nanotubes produced inside the tubular chamber, since they are transported outside by the gas flux and kept by the above mentioned afterward device.

A more specific explanation of the present invention is presented in the following detailed description.

- 25 Short description of schematic drawings

Fig. 1 schematically shown a device for fullerene and/or carbon nanotubes production. In tubular chamber 1, a graphite rod 9 is moved to reach the field produced by an inductor 11 coaxially situated outside the tubular chamber.

5 Fig.2 shows a working improvement of the device depicted in Fig. 1, where, in the same time the rod enters in the induced field, an inert gas is fluxed in the same direction of the rod movement.

Together with the inductive heating of the rod end and its sublimation (vaporization) a trigger of the inert gas plasma is obtained.

10 Fig.3 schematically shows the device represented in Fig.1, integrated with a second inductor, afterward the first one, that maintain and prolong the plasma torch, realizing a situation particularly suitable for fullerene and/or nanotubes formation.

Fig.4 schematically illustrates the device described in Fig.3  
15 combined with a cooling device for the tubular chamber. A bellows is applied to the chamber, so allowing a translation movement along the axis that moves the overheated surface under the inductor 11 till the cooling quench 13.

Fig.5 schematically shows the complete device as described in this  
20 invention. This figure represents the tubular chamber with a bellows applied, the inert gas admission port 6 and evacuation port 2, the inert gas flux valve 7, a graphite rod inserted in the sealing bush 8, the inductor for the induction heating, connected with the high frequency supply and positioned coaxially outside the tubular  
25 chamber, the cooling quench, the inductive plasma torch again

coaxially positioned along the chamber with its high frequency supply.

The Fig. 6 shows schematically the device of the fig. 5 improved from the use of a electromagnetic field concentrator, visible in fig. 8 and  
5 with the use of a particular shape of graphite rods showed in fig. 7.

The Fig. 9 shows schematically a variant of fig. 6 device, where the current concentrator is displaced as ring-like element in continuity with the tubular chamber in a intermediate position of the same, making unnecessary the use of a cooling quench, being the  
10 concentrator internally provided of slots 20 where a cooling fluid circulates.

#### Detailed description of the invention

Now, with reference to the fig. 5 and according to the present invention a device and a method to produce fullerene and /or carbon  
15 nanotubes is described in detail.

A conical evacuation sleeve 2 is applied to the right end of a tubular chamber, or tube 1.

A tubular sleeve 3 is applied to the left side of the tube 1, where a lamellar bellows 4 is welded, this is once welded to another tubular  
20 sleeve 5. A bush 8, equipped with a hole in correspondence to the axis, is positioned into the tubular sleeve 5.

A hole is made in the tubular sleeve 5, that connect the tube 6 for the inert gas injection in the tubular chamber, composed by 5, 4, 3, 1, 2.

The graphite rod 9 is partially inserted in the chamber vacuum-tight  
25 by the hole of the bush 8.

With the rods shaped as indicated in the fig.7, it is possible to insert many rods one after other; the first rod 9 is pushed forward along chamber 1 axis by the second rod 10 and so on for the following rods.

- 5 As shown in fig. 6 and 9, a hole is machined in the tail of the rod 9; this hole allows to thread another rod 10 that presents on the head a tang which adapt itself on the hole machined in the tail of rod 9.

The Inert gas, injected by opening the intercepting valve 7, passes through the tube 6 and, flowing inside the chamber, it get through the  
10 evacuation sleeve 2.

Moreover, the device comprises an inductor for induction heating 11, made of electrolytic copper tube, displaced coaxially to the tube 1 and connected to a high frequency generator 12; a quench 13, always coaxially to tube, for cooling the external surface of the tube 1  
15 faced to the quench. As cooling medium, this quench 13 may use a gas or a liquid that flows by the interception valve 14.

The second inductor, acting as torch for inductive coupling plasma 15, is made of electrolytic copper tube, also coaxially mounted on the tube 1, and is supplied from the high frequency generator 16.

- 20 According to the present invention, after that the head of the rod 9 has been threaded through the hole of bush 8, being the vacuum-tight between the bush 8 and the rod 9, having closed in advance the interception valve 7, the vacuum is pumped inside the chamber through the evacuation sleeve 2.

Instead of the vacuum creation it is possible to provide a fill up of the chamber with inert gas.

According to the present invention the interception valve 7 is subsequently opened and the inert gas is injected into the chamber  
5 through the tube 6. This inert gas flows through the chamber and get through the evacuation sleeve 2.

The inert gas flow and the pressure inside the chamber may be regulated by adjustments of the interception/regulation valve 7 and/or by change the vacuum pumping rate applied to the evacuation sleeve  
10 2.

Therefore, an inert gas flow along the chamber axis is so realized.

This constant inert gas flow is maintained during the whole fullerene and/or carbon nanotubes production.

According to the present invention, after the rod 9 has been partially  
15 inserted inside the chamber, the rod 9 is moved at constant speed toward the inductor 11.

Before the head of the rod 9 approaches the inductor 11, this one is supplied by the high frequency generator 12; a strong high frequency current consequently circulates in the inductor 11; this current  
20 generates inside the inductor 11 an intense high frequency electromagnetic field that recloses its field lines around the inductor 11.

When the head of the rod 9, advancing at constant speed, arrives near the first turn of the inductor 11, it is exposed to the intense  
25 electromagnetic field generated from the same inductor and the

beginning of the rod 9 starts to heat for the effect of the strong high frequency eddy currents induced inside the rod itself.

According to the present invention the rod 9 continues to advance at constant speed and, during the crossing of the inductor 11, the head  
5 of the rod receives the necessary energy for its vaporization from the high frequency electromagnetic field; therefore the head of the rod 9 dissolves as carbon vapours before its exit from the inductor 11.

What described at the previous point for the head of the graphite rod occurs for all the graphite rod material that pass through the inductor.

10 Considering the presence of an intense electromagnetic field inside the inductor 11, considering that the graphite 9 reaches high temperatures inside the inductor 11, considering the inert gas flow that during all the process always continues to flow inside the tube 1 between rod and tube in the zone facing to the inductor 11, before  
15 the graphite rod starts to vaporize, an inductive plasma 18 triggers and mantains itself inside the tube 1, in the ending zone and afterwards the graphite rod 9.

The graphite vapours that leaves the graphite rod 9 are mantained at the vaporizing temperature previously for the presence of plasma 18,  
20 generated from the inductor 11, and then by a second additional plasma torch 19, generated by a second inductor 15, located immediately afterward the first inductor and supplied by the high frequency generator 16.

Considering the presence of the two inductive plasma 18,19 in  
25 cascade, these plasmas consent to mantain the vaporized material at

temperatures near to vaporization temperature for a sufficiently long time and, in this way, the formation and the growth of fullerene and/or nanotubes are favoured.

Inside the tube 1, in the zone facing the induction heating inductor 11, where the rod 9 is continuously vaporized, the rod 9 develops an intense radiating power that besieges and heats considerably the internal surface of the tube 1. This zone of the internal surface receives heat from the inert gas that continuously flows and is furthermore heated by the radiation and the convection heat from the rod 9, that is at temperatures near or higher the carbon vaporization temperature.

Since the internal surface of the tube 1 must not reach too high temperatures, the external surface of the tube immediately afterward the induction heating inductor 11 is cooled by a quench 13 that sprays some jets of a cooling medium, that may be a liquid or a gas; in the same time the forward and back movement of the tube 1 and of the conical sleeve is realized.

This reciprocating movement is made possible for the presence of the bellows 4.

With the advantageous use of the current concentrator displaced in continuity to the tubular chamber as ring-like element, it is not necessary to use a quench to drain the heat; in fact, with this arrangement the zone invested from radiating and convective heat is not the tubular chamber but the concentrator itself.



It is to be noticed that using a working pressure higher than the atmospheric one it is not necessary to use a vacuum pump applied to the exit port 2, for the starting vacuum and for the inert gas evacuation during the process.

- 5 On the other hand, if the working pressure is less than the atmospheric one, it is necessary to use the vacuum pump and to utilize a vacuum-tight system.

#### Example 1

Fullerene and nanotubes were produced using the device showed in  
10 Fig. 5. As precursory material were utilized a graphite rods with a purity grade not less than 99.99% and with a diameter of 6 mm.

The graphite rods were vacuum-tight partially inserted inside a tubular chamber with external diameter equal to 18 mm made up of a transparent material to electromagnetic field having the following  
15 thermal properties:

Maximum continuous working temperature in inert environment 2800 K; thermal conductivity at 293 K: 35 W/mK.

After that the vacuum was made inside the tubular chamber inert gas argon was made flowing at pressure of about  $70 \times 10^3$  Pascal with a  
20 flow-rate between 6 and 10 l/min.

For the rod continuous vaporization it was utilized the electromagnetic field generated from an inductor, made of electrolytic copper tube cooled with distilled water, with length of 17 mm formed with 3 insulated coils having internal diameter 19 mm and connected  
25 to a high frequency generator working at 800 kHz.

Before introducing the graphite rod into the inductor, working with the empty inductor, i.e. without the load constituted by the rod, the generator was regulated to take up from the supplying net a power of 24kW.

- 5 During the working, with the rod inserted into the inductor, with forward speed ranging from 0.6 to 1 mm/sec. inside the inductor, the generator required from the supplying net a power of 38 kW.

#### Example 2

- Fullerene and nanotubes were produced absolutely in the same manner described in the example 1, with the only exception that an inductor was introduced immediately afterward the quench; the inductor is made of electrolytic copper tube, cooled with distilled water, with a length of 28 mm and formed with 3 coils with internal diameter of 26 mm and connected to a high frequency generator  
10 working at 13.56MHz.  
15

During the no load working, as described in the example 1, the high frequency generator took up from supplying net a power of 1950 W.

- During the production working, as described in the example 1, the high frequency generator took up from the supplying net a power of  
20 2950 W.

#### Example 3

- Fullerene and nanotubes were produced in the same manner described on the example 1 with the difference that the inert gas flowing into the tubular chamber was a mixture of inert gas containing  
25 hydrogen with a percentage about of 2%.

## Claims

- 1) Device for the production of fullerene and/or nanotubes comprising an inductor (11) connected to an electromagnetic field generator (12), a graphite element (9) able to be exposed to the electromagnetic field  
5 of the inductor (11).
- 2) Device for the production of fullerene and/or nanotubes according to the claim 1 characterized in that between the inductor (11) and the graphite element (9) an inert gas was flowing.
- 3) Device for the production of fullerene and/or nanotubes according  
10 to the claim 2 characterized in that the flux of the gas is limited inside a tube (1) transparent to the electromagnetic field, coaxial to the inductor (11) and that flows between the inductor (11) and the graphite element (9).
- 4) Device for the production of fullerene and/or nanotubes according  
15 to the previous claim characterized in that the tube (1) is vacuum-tight having on one end the inlet for the graphite element (9) and the inert gas flux, and the outlet of inert gas on the opposite end.
- 5) Device for the production of fullerene and/or nanotubes according to the previous claim characterized in that at the inert gas outlet is  
20 installed a device for the collecting of fullerene and/or nanotubes.
- 6) Device for the production of fullerene and/or nanotubes according to the claim 1 characterized in that afterward the first inductor (11) is present at least a second inductor (15).
- 7) Device for the production of fullerene and/or nanotubes according  
25 to the claim 1 characterized for at least a cooling quench (13)

mounted after to the first inductor (11) and for the tube (1) that is capable of an axial displacement, allowing to move the surface placed inside the inductor (11) into the quench (13) and back.

8) Device for the production of fullerene and/or nanotubes according  
5 to the claims 6 and 7 characterized for the quench (13) that is interposed between the two inductors (11,15).

9) Device for the production of fullerene and/or nanotubes according to the claims 6 and 7 characterized for the graphite element (9) that is compounded from many rods (9,10) shaped in a such way to  
10 thread and to support themselves bounded, allowing the thrust forward of the rod below electromagnetic field (9) by the rear rod (10).

10) Device for the production of fullerene and/or nanotubes according to the claim 1 characterized for the graphite element (9) that is made  
15 of graphite with a purity not less than 95%.

11) The device for the production of fullerene and/or nanotubes according to the claim 1, characterized for the graphite element (9) that is doped or compounded, with at least an internal hole, or mixed with transition metals among Co, Ni, Sc, V, Cr, Fe, Cu, Y, Zr, Nb, Mo,  
20 Pd, Ta, W, Au, Th, U, La, Ce, Pr, Nd, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Lu, that act as catalysts for fullerene and/or nanotubes synthesis, in percentage  $> 1\%$  and  $< 15\%$  related to the rod volume.

12) Device for the production of fullerene and/or nanotubes according to the claim 1 characterized for a current concentrator (17) that is  
25 placed inside coaxially to the inductor (11), into that is inserted the

graphite element (9) and the current concentrator (11) concentrate the electromagnetic field in the part of the graphite rod (9) entering in it.

13) Device for the production of fullerene and/or nanotubes according  
5 to the claims 3 and 12 characterized for a current concentrator (17) that is placed as ring-like element in continuity to the tube (1).

14) Device for the production of fullerene and/or nanotubes according to the previous claim characterized for the current concentrator (17) that is internally provided of slots (20) for a cooling liquid circulation.

10 15) Method for the production of fullerene and/or nanotubes according to the previous claim characterized for the fact that, in inert or under-vacuum environment, a high frequency electromagnetic field is generated, a graphite element (9) is progressively inserted into the high frequency electromagnetic field, the element (9) initially  
15 immersed from its end into the field, it is heated until the vaporization and the element continue its advancement into the field.

16) Method for the production of fullerene and/or nanotubes according to the previous claim characterized for the fact that, around the graphite element (9) a substantially inert gas is flowing, in the  
20 same advancement direction of the element (9).

17) Method for the production of fullerene and/or nanotubes according to the previous claim characterized the substantially inert gas that is transformed in plasma (18) around the vaporization zone of the graphite element (9).

18) Method for the production of fullerene and/or nanotubes according to the previous claim characterized in that, the plasma (18,19) is maintained the same from at least a second high frequency electromagnetic field placed afterward of the first field.

5 19) Method for the production of fullerene and/or nanotubes according to the claims 13 or 14 or 15 characterized in that, the graphite element (9) and the inert gas flow is confined into a transparent tube (1) to the electromagnetic field.

20) Method for the production of fullerene and/or nanotubes  
10 according to the previous claim characterized in that, the tube (1) is vacuum-tight and it present on one end an inlet for the graphite element (9) and nearly to the inlet a port for the flowing of inert gas and it presents nearly the opposite end a port for the outlet of the inert gas.

15 21) Method for the production of fullerene and/or nanotubes according to one or more of the previous claim characterized in that, to be a continuous method with the fullerene and/or nanotubes produced collection by a device displaced at the inert gas outlet.